

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLOR PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

09/600546

534 Rec'd PCT/PTC 12 JUL 2000

Atty. Docket No.: 15675.P322
Express Mail #: EM560647674US

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In Re the application of:)
)
Claude Chappert, Harry Bernas, and Jacques Perre)
)
For: MAGNETIC ETCHING PROCESS, ESPECIALLY FOR MAGNETIC OR)
MAGNETOOPTIC RECORDING)

REQUEST FOR PRIORITY

Hon. Commissioner of
Patents and Trademarks
Washington, D.C. 20231

Dear Sir:

Applicant respectfully requests a convention priority for the above-captioned application,
namely French Patent Application No. 98 00199 filed January 12, 1998.

Respectfully submitted,

BLAKELY, SOKOLOFF, TAYLOR & ZAFMAN

Dated: 7/12/2000

By:


Eric S. Hyman Reg. No. 30,139

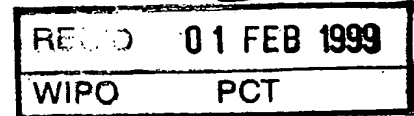
12400 Wilshire Boulevard
Seventh Floor
Los Angeles, California 90025
(310) 207-3800

2-1-1974

1974-1975

THIS PAGE BLANK (USPTO)

09/600546



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

PRIORITY

DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le **20 JAN. 1999**

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE

26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS Cédex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04
Télécopie : 01 42 93 59 30



THIS PAGE BLANK (USPTO)

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐

Cet imprimé est à remplir à l'encre noire en lettres capitales

Réservé à l'INPI

| DATE DE REMISE DES PIÈCES 12 JAN 1998 N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL 98 00199 - DÉPARTEMENT DE DÉPÔT K DATE DE DÉPÔT 12 JAN 1998 | | 1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE CABINET REGIMBEAU 26, Avenue Kléber 75116 PARIS | | | | | | | | | |
|---|--------|--|----------------------|----------------|--------|---------------|----------------------|--|--|--|--|
| 2 DEMANDE Nature du titre de propriété industrielle <input checked="" type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> demande divisionnaire <input type="checkbox"/> certificat d'utilité <input type="checkbox"/> transformation d'une demande de brevet européen demande initiale <input type="checkbox"/> brevet d'invention <input type="checkbox"/> certificat d'utilité n° Établissement du rapport de recherche <input type="checkbox"/> différé <input checked="" type="checkbox"/> immédiat Le demandeur, personne physique, requiert le paiement échelonné de la redevance <input type="checkbox"/> oui <input type="checkbox"/> non | | n° du pouvoir permanent 236835 D17244 JRC références du correspondant 01 45 00 92 02 téléphone date | | | | | | | | | |
| Titre de l'invention (200 caractères maximum) Procédé de gravure magnétique, pour notamment l'enregistrement magnétique ou magnéto-optique | | | | | | | | | | | |
| 3 DEMANDEUR (S) n° SIREN Norm et prénoms (souligner le nom patronymique) ou dénomination CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS) | | code APE-NAF Forme juridique ETABLISSEMENT PUBLIC A CARACTERE SCIENTIFIQUE ET TECHNO... | | | | | | | | | |
| Nationalité (s) Française Adresse (s) complète (s) 3, rue Michel Ange 75794 PARIS CEDEX 16 | | Pays FR | | | | | | | | | |
| En cas d'insuffisance de place, poursuivre sur papier libre <input type="checkbox"/> | | | | | | | | | | | |
| 4 INVENTEUR (S) Les inventeurs sont les demandeurs <input type="checkbox"/> oui <input checked="" type="checkbox"/> non Si la réponse est non, fournir une désignation séparée | | | | | | | | | | | |
| 5 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES <input type="checkbox"/> requise pour la 1ère fois <input type="checkbox"/> requise antérieurement au dépôt : joindre copie de la décision d'admission | | | | | | | | | | | |
| 6 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE <table border="1"> <thead> <tr> <th>pays d'origine</th> <th>numéro</th> <th>date de dépôt</th> <th>nature de la demande</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </tbody> </table> | | | | pays d'origine | numéro | date de dépôt | nature de la demande | | | | |
| pays d'origine | numéro | date de dépôt | nature de la demande | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | |
| 7 DIVISIONS antérieures à la présente demande n° date n° date | | | | | | | | | | | |
| 8 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (nom et qualité du signataire - n° d'inscription)  921169 | | SIGNATURE DU PRÉPOSÉ À LA RÉCEPTION  | | | | | | | | | |

DÉSIGNATION DE L'INVENTEUR

(si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

DIVISION ADMINISTRATIVE DES BREVETS

26bis, rue de Saint-Petersbourg
75800 Paris Cédex 08
Tél. : 01 53 04 53 04 - Télécopie : 01 42 93 59 30

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

98 00199

TITRE DE L'INVENTION : Procédé de gravure magnétique, pour notamment
l'enregistrement magnétique ou magnéto-optique

LE(S) SOUSSIGNÉ(S)

CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)
3, rue Michel Ange 75794 PARIS CEDEX 16

DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) (indiquer nom, prénoms, adresse et souligner le nom patronymique) :

CHAPPERT Claude
1, rue des Cliquets
92380 Garches, FR

BERNAS Harry
23, rue Louis Morard
75014 Paris, FR

FERRE Jacques
17, allée du Moulin de
Migneaux
91370 Verrières le Buisson,
FR

NOTA : A titre exceptionnel, le nom de l'inventeur peut être suivi de celui de la société à laquelle il appartient (société d'appartenance) lorsque celle-ci est différente de la société déposante ou titulaire.

Date et signature (s) du (des) demandeur (s) ou du mandataire

6 juillet 1998

CABINET REGIMBEAU

92469

La présente invention est relative à un procédé de gravure magnétique.

Plus particulièrement, l'invention trouve avantageusement application pour l'enregistrement magnétique ultra-haute densité (élaboration de matériaux magnétiques discrets, circuits de mémoires magnétiques, circuits logiques à commande magnétique, ...), l'enregistrement optique de type à mémoire morte (CDROM, DVDROM,...), et la réalisation de circuits optiques à commande magnétique (réseaux diffractants, matériaux à gap photonique, ...) utilisant une variation contrôlée de la composante d'indice optique liée au magnétisme.

10

ETAT DE LA TECHNIQUE

L'extraordinaire développement des technologies et services multimédias lors de ces dernières années a entraîné une course à l'augmentation de la densité d'enregistrement. Dans le domaine des disques ré-inscriptibles, bien que les technologies optiques (changement de phase) se développent rapidement, les techniques magnétiques gardent la première place, et tout particulièrement le "disque dur", pour sa vitesse de transfert élevée. Toutefois, les techniques magnétiques actuelles devraient être limitées à des densités de stockage de 100 bits/ μm^2 .

Un des facteurs limitatifs sera notamment le passage à l'enregistrement de contact, pour des distances entre la tête de lecture et le support d'enregistrement inférieures à 10 nm : on parle d'évolution vers des technologies d'enregistrement type "microscopie à effet tunnel" («STM like storage» selon la terminologie anglo-saxonne), ou en "champ proche".

Plusieurs sauts technologiques ont été proposés dans cette direction durant les dernières années, par exemple le CD-ROM en champ proche, ou l'enregistrement magnéto-optique en champ proche. On pourra à cet égard avantageusement se référer aux différentes publications suivantes :

Y. Martin, S. Rishton, H.K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett. 71, 1 (1997).

Y.Betzig, J.K. Trautman, T.D. Harris, J.S. Weiner, R.L. Kostelak, Science 251, 1468 (1991).

B.D. Terris, H.J. Mamin, D. Rugar, W.R. Studenmund, G.S. Kino, Appl. Phys. Lett. **65**, 388 (1994).

E. Betzig et al., Appl. Phys. Lett. **61**, 142 (1992).

M. Myamoto, J. Ushiyama, S. Hosaka, R. Imura, J. Magn. Soc. Jpn. **19-S1**,
5 141 (1994).

T.J. Silva, S.Schultz, D.Weller, Appl. Phys. Lett. **65**, 658 (1994).

M.W.J. Prinz, R.H.M. Groeneveld, D.L. Abraham, H. van Kempen, H.W. van Kesteren, Applied. Phys. Lett. **66**, 1141 (1995).

On pourra également se reporter à la publication :

10 B.D. Terris H.J. Mamin, D. Rugar, Appl. Phys. Lett. **68**, 141 (1996) dans laquelle est annoncée la commercialisation prochaine par la société 3M d'un "disque dur" à lecture magnéto-optique utilisant une lentille à immersion solide (SIL).

Toutefois, la limitation principale des techniques magnétiques devrait être la
15 "limite paramagnétique", c'est-à-dire la taille en dessous de laquelle les bits s'effaceront d'eux même par effet thermique.

Dans la technologie du disque dur actuelle, le support d'enregistrement est un matériau particulaire (grains magnétiques dans une matrice non magnétique, ou encore des grains magnétiques séparés par des joints de grains non magnétiques (ME
20 tape)). Or, la minimisation du bruit impose d'augmenter le nombre de particules magnétiques vues par la tête de lecture, tandis que ces particules doivent être le plus possible découplées magnétiquement. La taille des particules est donc très inférieure à la taille de bit. En extrapolant les données actuelles, les particules deviendront paramagnétiques en dessous de 8nm, ce qui limite la densité d'enregistrement autour
25 de 100 bits/ μm^2 .

Dans l'enregistrement magnéto-optique, les matériaux utilisés à l'heure actuelle sont des alliages amorphes du type terre rare/métal de transition, qui pourraient être remplacés par des alliages ou multicouches Co/Pt avec l'avènement du laser bleu. Des bits de taille 60nm ont pu effectivement être écrits par effet
30 thermo-magnétique dans des multicouches Co/Pt continues, mais il est probable que

des problèmes de bruit dus au support d'enregistrement (stabilité du domaine, rugosité de sa paroi) interviendront, à des tailles de bits très supérieures à 60 nm.

Pour repousser cette limite, il a été proposé récemment de remplacer les matériaux support d'enregistrement actuels par des matériaux discrets, où les limites
5 de bits magnétiques seraient définies géométriquement par des méthodes lithographiques :

soit dépôt sur surface gravée,

S. Gadetsky, J.K. Erwin, M. Mansuripur, J. Appl. Phys 79, 5687 (1996).

soit croissance de particules magnétiques isolées de taille et position définies
10 par lithographie,

S.Y. Chou, M.S. Wei, P.R. Krauss, P. Fischer, J. Appl. Phys. 76, 6673 (1994).

Cette dernière technique permettrait de n'avoir qu'une seule particule magnétique par bit.

15 En parallèle, des techniques de pressage à partir d'une matrice définie par lithographie électronique ont été mises au point,

S.Y. Chou, P.R. Krauss, P.J. Renstrom, Science 272, 85 (1996),

Y. Xia, X.M. Zhao, G.M. Whitesides, Microelectron. Eng. 32, 255 (1996),

qui, de même que la lithographie par rayons X ou interférentielle, pourraient
20 dans un avenir proche permettre la production en masse de supports gravés, avec des motifs de taille très inférieure au micron, sur des surfaces de quelques cm² probablement suffisantes pour les disques du futur.

Toutefois, dans l'état actuel des publications, ces différentes techniques présentent plusieurs inconvénients :

25 1. Quelle que soit la technique retenue, l'enregistrement en mode contact demandera un matériau de rugosité de surface faible et contrôlée : les matériaux gravés proposés jusqu'ici demanderont donc une étape finale de planarisation, probablement délicate.

30 2. Dans le cas de l'enregistrement magnéto-optique en champ proche, des variations d'indice optique (de réflectivité) brutales du matériau gravé donneront des effets de diffraction, qui peuvent se traduire par des variations de polarisation

beaucoup plus fortes que celles induites par les domaines magnétiques, source de bruit inacceptable.

3. Un dernier problème aux très fortes densités sur ces matériaux gravés concerne le suivi de piste, et il faudra probablement mettre au point une "piste" spécialisée à cet effet, mais sans dégrader les points évoqués ci-dessus.

PRESENTATION DE L'INVENTION

~~L'invention propose quant à elle un procédé de gravure magnétique,~~
10 caractérisé en ce qu'on irradie de façon contrôlée un matériau magnétique en couches minces (quelques plans atomiques) pour modifier localement, sur des zones d'une largeur de l'ordre du micromètre ou inférieure, les propriétés magnétiques dudit matériau, telles que notamment sa coercivité, son anisotropie magnétique ou sa température de Curie.

15 Un tel procédé permet de résoudre les problèmes précités. Notamment :

1. La rugosité du film d'origine est inchangée par irradiation, et peut donc être ajustée de manière indépendante. En particulier, on peut envisager de reprendre un dépôt après irradiation (pour la réalisation de dispositifs) dans des conditions de croissance excellentes (% à une surface gravée).
- 20 2. Les variations d'indice optique restent faibles pour des changements considérables des propriétés magnétiques, et par ailleurs peuvent être contrôlées, dans une certaine gamme, quasi indépendamment des variations magnétiques obtenues, par la structure du substrat ou l'énergie des ions.
3. L'effet de l'irradiation est cumulatif : on peut procéder à l'irradiation
25 en plusieurs fois, et obtenir le même résultat qu'en une seule fois avec la dose cumulée. Cet aspect peut être utile lorsqu'on veut irradier plusieurs zones de l'échantillon avec des valeurs différentes, ou à des étapes différentes de la fabrication d'un dispositif.
4. On peut facilement contrôler l'effet de l'irradiation en temps réel, en
30 mesurant l'évolution des propriétés (magnétiques par exemple) sur une zone test.

5. La technique est facile à mettre en oeuvre pour la fabrication de masse de supports d'enregistrement et ce d'une façon économique puisque les outils qu'elle nécessite d'utiliser sont soit déjà utilisés en micro-électronique (irradiation), soit en cours de développement (lithographie par pressage pour des grandes surfaces et des tailles nanométriques par exemple).

Avantageusement, l'irradiation est faite au moyen d'un faisceau d'ions.

D'autres moyens techniques de dépôt d'énergie seraient envisageables.

L'irradiation peut se faire à travers un masque de résine ou à l'aide d'un faisceau d'ions focalisé.

10 Le procédé de gravure précité est avantageusement utilisé pour l'enregistrement magnétique ou magnéto-optique ultra-haute densité d'informations binaires, et notamment pour l'élaboration de matériaux magnétiques discrets, de circuits de mémoires magnétiques, ou de circuits logiques à commande magnétique.

15 En particulier, le procédé précité présente l'avantage de permettre d'écrire des domaines magnétiques de taille très inférieure à 100 nm, de position et géométrie parfaitement définies et donc de maximiser le rapport signal sur bruit et d'optimiser les problèmes de suivi de piste, tout en conservant une rugosité de surface parfaitement contrôlée.

20 Egalement, le procédé proposé par l'invention est avantageusement utilisé pour réaliser un enregistrement optique de type à mémoire morte (CDROM, DVDROM,...)

On sait en effet que les techniques d'enregistrement optique en champ proche devront probablement utiliser des matériaux d'inscription lisses, avec une tête de lecture volant à quelques nm au-dessus dudit matériau (30 nm pour un disque dur
25 actuellement). Or les techniques actuelles d'enregistrement optique de type à mémoire morte, ne sont pas satisfaisantes : les méthodes de pressage à partir de matrices peuvent donner des tailles inférieures à 100 nm, mais le support d'enregistrement qui est obtenu est rugueux ; les méthodes d'écriture par faisceau laser focalisé (ablation, changement de phase) ne permettent pas quant à elles de
30 travailler avec des tailles de bit de l'ordre de ou inférieures à 100 nm.

D'autres applications que l'enregistrement d'informations binaires sont envisageables. Notamment, le procédé de gravure magnétique proposé par l'invention est avantageusement utilisé pour la réalisation de circuits optiques à commande magnétique (réseaux diffractants, matériaux à gap photonique, ...) utilisant une variation contrôlée de la composante d'indice optique liée au magnétisme, pour la réalisation de capteurs (têtes de lecture de disque dur,...), ou de circuits mémoire magnétiques (mémoire à effet Hall extraordinaire, mémoire magnétorésistive, mémoire à effet tunnel dépendant du spin).

En particulier, on sait que l'émergence des matériaux à gap photonique ouvre la voie à la réalisation de dispositifs optiques et qu'un des aspects à résoudre sera celui de la commande du dispositif. Le procédé proposé par l'invention permet, par irradiation à travers un masque, de fabriquer un film guide d'onde en matériau non magnétique, comprenant un réseau régulier de motifs magnétiques (cristal photonique) d'indice optique à la fois légèrement différent de celui du matériau hôte, et commandable par effet magnétique.

De façon générale, le procédé proposé par l'invention peut s'appliquer à chaque fois qu'il est intéressant de définir avec précision un élément magnétique tout en conservant une très grande planéité du dispositif (par exemple pour favoriser une croissance ultérieure).

Le procédé proposé par l'invention peut aussi être utilisé pour graver magnétiquement une couche déjà enterrée sous d'autres couches non sensibles, en ajustant les conditions d'irradiation. Par exemple, et à titre non limitatif, on peut réaliser des circuits électriques gravés dans un même matériau magnétique en film mince, et dont seule la partie importante sera gardée magnétique, les pistes de contact ayant été rendues inactives par irradiation ; on peut affaiblir de manière contrôlée le champ coercitif d'une zone donnée d'un échantillon, de façon à garantir que le retournement de l'aimantation se produira toujours dans les mêmes conditions, à partir du même site.

Le procédé proposé par l'invention peut à priori s'adapter à tout matériau pour lequel une variation minime de l'arrangement atomique local peut conduire à une modification importante des propriétés magnétiques, c'est à dire aux alliages de

métaux de transition (ex : CoPt, NiFe, ...), aux alliages terres rares/métaux de transition (ex : TbFeCo, etc...) et aux multicouches magnétiques (ex : Co/Pt, Fe/Tb, ...), sans que cette liste soit limitative.

Les multicouches Co/Pt sont des matériaux potentiellement intéressants pour l'enregistrement magnéto-optique à courte longueur d'onde en lumière bleue.

DESCRIPTION D'UN OU PLUSIEURS EXEMPLES DE MISE EN OEUVRE

10 Le procédé de gravure magnétique par irradiation est décrit ci-dessous dans le cas de multicouches magnétiques irradiées par un faisceau d'ions et met en œuvre plusieurs étapes selon lesquelles :

- (i) on contrôle avec précision la composition et la rugosité interfaciale et en surface des couches avant irradiation ;
- 15 - (ii) on irradie la structure multicouches par un faisceau ionique en contrôlant la modification structurale induite par le faisceau ; en particulier, on contrôle la densité d'énergie déposée par le faisceau, par l'intermédiaire du choix de la masse et de l'énergie des ions incidents ;
- (iii) éventuellement, on complète l'irradiation par un recuit
- 20 thermique approprié pour relaxer des contraintes et/ou induire une mise en ordre locale.

Dans le cas des matériaux magnétiques, les effets du procédé sont importants sur des alliages (alliages de métaux de transition, alliages de terres rares et terres rares-métaux de transition), et sur les empilements multicouches de tous types.

25 Le procédé est avantageusement mis en œuvre avec des multicouches Co/Pt. On notera que ces matériaux ont déjà été très étudiés pour leurs propriétés d'une part d'anisotropie magnétique perpendiculaire et d'autre part de fort effet Kerr magnéto-optique ; ils constituent donc des candidats intéressants pour l'enregistrement magnéto-optique.

30 Dans les matériaux à base de couches ultraminces, les propriétés sont dominées par la compétition entre les effets d'interfaces et les propriétés de volume.

La direction de facile aimantation par exemple est donnée par le signe d'un coefficient d'anisotropie effectif K_{eff} , qui au premier ordre s'écrit :

$$K_{eff} = -K_d + K_v + \frac{(K_{s1} + K_{s2})}{t_{Co}}$$

Le premier terme représente l'anisotropie dipolaire de forme ($K_d > 0$), le
 5 deuxième l'anisotropie de volume ($K_v > 0$ pour le Co), et le dernier est dû aux
 interfaces ($K_s > 0$ dans le cas de l'interface Co/Pt), dont l'influence varie comme
 l'inverse de l'épaisseur t_{Co} de Co (K_{s1} et K_{s2} désignant les coefficients d'anisotropie
 magnétique des deux interfaces du film de Co. Selon le signe de K_{eff} , l'axe de facile
 10 aimantation est soit l'axe perpendiculaire au plan des couches ($K_{eff} > 0$), soit le plan
 du film. La configuration perpendiculaire s'impose pour l'enregistrement magnéto-
 optique, et deviendra probablement la norme pour l'enregistrement magnétique ultra-
 haute densité, toutes techniques confondues.

On se limite préférentiellement à des irradiations conduisant à des dépôts
 d'énergie faibles (faible nombre de déplacements atomiques aux interfaces qui nous
 15 intéressent). Ceci peut être réalisé par exemple par des ions légers (ex : He^+) à basse
 énergie (quelques keV à la centaine de keV) ou bien par des ions lourds (ex : masse
 de l'ordre de 100) à des énergies relativement élevées (typiquement le MeV).
 L'irradiation modifie d'abord la composition de l'interface, et donc en particulier
 l'anisotropie. Pour les films les plus minces (1 ou 2 plans atomiques), ou pour des
 20 doses plus élevées, on modifie aussi (par transfert d'atomes d'une couche à l'autre) la
 composition du film, donc son magnétisme de volume : dans le cas particulier du
 Co/Pt, la température de Curie de l'alliage CoPt diminue avec la concentration en Pt,
 pour devenir inférieure à la température ambiante vers 75% de Pt.

Les inventeurs ont, par exemple, rendu paramagnétique à température
 25 ordinaire, de manière contrôlée, des échantillons avec une épaisseur t_{Co} de 0,5 nm,
 en irradiant à une dose (très faible) de 10^{15} ions/cm² avec des ions Kr^+ accélérés à
 300 keV, comme avec des ions He^+ de 30 keV à une dose de 10^{16} ions/cm².

Les effets de l'irradiation ont d'abord été caractérisés sur des sandwiches simples Pt(3,4nm)/Co(tCo)/Pt(6,5nm)/substrat amorphe (silice polie Herasil, SiO₂/Si, Si₃N₄/Si), déposés par pulvérisation cathodique.

Avec la technique de dépôt utilisée, on obtient avant irradiation des films magnétiques à axe de facile aimantation perpendiculaire et cycle d'hystérésis polaire parfaitement carré (100% d'aimantation rémanente) dans la gamme d'épaisseur de Co : 0,3-1,2 nm.

L'irradiation de ces échantillons à des fluences d'ions He⁺ jusque vers 2 10¹⁵ atomes/cm², accélérés à des énergies comprises entre 5 et 100 keV permet effectivement d'ajuster les propriétés magnétiques d'une couche ultramince de Co :

1. sur des couches d'épaisseur 0,5 nm (environ 2,25 plans atomiques), l'effet principal est une baisse de la température de Curie, qui peut descendre en dessous de la température ambiante pour une dose de l'ordre de 2 10¹⁶ ions par cm². Jusque-là, le film garde un axe de facile aimantation perpendiculaire et un cycle carré, mais dont le champ coercitif diminue régulièrement quand on augmente la dose d'irradiation. Des cycles d'aimantation carrés avec des coercivités de quelques Oe ont été obtenus. Des applications intéressantes pour la réalisation de capteurs en champ faible peuvent être envisagées.

2. sur des échantillons d'épaisseur 1 nm (environ 5 plans atomiques), l'effet principal de l'irradiation est un basculement de l'axe de facile aimantation dans le plan du film, lié à un affaiblissement du terme d'anisotropie d'interface K_s. L'effet est obtenu pour des doses faibles, parce que l'épaisseur initiale est proche de celle (1,2 nm) où l'effet de basculement se produit dans les échantillons d'origine.

3. sur des échantillons d'épaisseur intermédiaire (0,8 nm, soit 4 plans atomiques), les mêmes doses ne donnent aucun effet visible sur le cycle d'hystérésis : à ces épaisseurs, la température de Curie est déjà très élevée (proche de celle du Co massif), donc peu sensible à des modifications faibles de l'interface, et on est aussi très éloigné de l'épaisseur naturelle de basculement de l'axe de facile aimantation. Ceci constitue une caractéristique intéressante du procédé, puisqu'elle permet d'une part d'irradier une bicouche en ne modifiant

qu'une seule des couches et d'autre part de travailler à des doses plus fortes et plus favorables à l'homogénéité.

Il convient de noter que l'énergie d'accélération des ions a une influence moindre sur la modification des propriétés magnétiques que sur la répartition en
5 profondeur du taux de déplacements dans le matériau. Ceci peut permettre la mise en oeuvre du procédé dans des couches minces enterrées à des profondeurs nettement plus grandes que celles utilisées dans l'exemple de démonstration.

Une caractéristique essentielle du procédé proposé est que, si l'effet de l'irradiation sur le magnétisme est important, son effet sur la réflectivité optique de
10 l'échantillon reste faible.

Le contraste est invisible à l'œil nu, et à peine visible dans un bon microscope (contraste comparable à celui d'une paroi de domaine dans un échantillon Pt/Co/Pt). La faiblesse de l'effet optique est liée à la faiblesse des modifications structurales induites.

15 Des essais sur des empilements multicouches (Pt/Co)₆/Pt ont également été mis en oeuvre. Les structures de ces multicouches (épaisseurs, nombre de périodes Co/Pt) ont été choisies autour des valeurs habituellement utilisées pour les supports d'enregistrement magnéto-optique. Par rapport à l'image simple de la variation d'anisotropie avec l'épaisseur de Co, exposée ci dessus pour les films simples, les
20 effets de l'irradiation sur les propriétés magnétiques sont rendus plus complexes dans les multicouches par l'interaction magnétique entre les couches, qui peut être soit d'origine dipolaire, soit une interaction d'échange portée par les électrons de conduction du platine. Cette dernière interaction, qui se traduit même par un ferromagnétisme du Pt pour les couches d'interface, contribue à renforcer la
25 température de Curie des multicouches, surtout quand l'épaisseur de Co est très faible. La présence de ces deux interactions conduit aussi à l'existence d'un domaine d'épaisseur de Co assez étendu où le système se décompose en domaines magnétiques réguliers au sein desquels l'aimantation est perpendiculaire (configuration de domaines "en rubans"), même pour des valeurs de K_{eff} faiblement
30 négatives où l'on attendrait un plan de facile aimantation.

Les essais ont été effectués sur deux séries d'échantillons, de même épaisseur de Co (donc même anisotropie de couche unique) et nombre de périodes, et différents par l'épaisseur de la couche de séparation en Pt.

série A : Pt(2nm)/[Pt(1.4nm)/Co(0.3nm)]₆/Pt(6.5nm)

5

série B : Pt(2nm)/[Pt(0.6nm)/Co(0.3nm)]₆/Pt(6.5nm)

Dans le cas de la série B, la concentration en Pt de l'alliage après une interdiffusion totale serait de l'ordre de 66% (alliage ferromagnétique), alors qu'elle serait de 82% pour la série A, (alliage non magnétique). En contrepartie, dans la série B, où l'intercalaire de Pt est plus mince, les couches de Co sont plus fortement en interaction, ce qui rend a priori plus facile à obtenir la configuration en domaines "en rubans", puis le plan facile d'aimantation, par une diminution de l'anisotropie.

10

Dans la plage des doses testées (jusqu'à 10^{16} pour la série A, et $2.6 \cdot 10^{16}$ pour la série B), les résultats d'irradiation montrent qualitativement les mêmes effets pour les deux séries : passage progressif (et facilement contrôlable) d'un axe de facile aimantation perpendiculaire (avec un cycle d'hystérésis parfaitement carré dont le champ coercitif diminue avec la dose d'irradiation), à une configuration de domaines "en rubans", puis à un plan de facile aimantation. Comme justifié ci-dessus, ce basculement se fait à dose plus faible pour la série B ($3 \cdot 10^{15}$ contre $6 \cdot 10^{15}$ ions/cm²). Aux doses utilisées tous les échantillons sont restés ferromagnétiques à température ambiante.

20

Dans tous les cas décrits ci-dessus, aucune variation de la rugosité de surface de l'échantillon n'a pu être détectée par AFM sous air, pour des rugosités de départ pourtant extrêmement faibles, de l'ordre de 0,2 nm rms.

Des essais avec irradiation à travers un masque de résine ont également été mis en œuvre.

25

Sur des échantillons sandwiches simples Pt(3,4nm)/Co(0,5nm)/Pt(6,5nm) /Herasil, deux types de résine ont été testées :

1. Une résine négative Shipley, adaptée à la lithographie submicronique par lithographie par rayons X. La résine avait été déposée en couche épaisse (0.8 μ m) sur la moitié seulement d'un échantillon, et recuite ensuite dans les conditions

30

habituelles. L'ensemble de l'échantillon a alors été irradié, et la résine enlevée, toujours dans les conditions habituelles (bain de trichloroéthylène chaud).

La partie non protégée par la résine reproduit les effets de l'irradiation décrits plus haut, tandis que la partie protégée ne montre aucune évolution de ses propriétés.

- 5 En principe, suivant des processus déjà mis au point par ailleurs, l'utilisation de la même résine, mais avec une étape de lithographie X en plus pour y définir un réseau de trous, doit permettre d'obtenir au minimum des réseaux de bits magnétiquement gravés de dimensions $0,2 \mu\text{m}$ espacés de $0,2 \mu\text{m}$, soit une densité d'enregistrement de 25 bits par μm^2 , près de 20 fois supérieure aux densités actuelles.

- 10 2. une résine positive PMMA, adaptée à la lithographie électronique. La résine a été déposée en couche de l'ordre de $0,85 \mu\text{m}$ d'épaisseur, et non recuite dans ce cas, ce qui peut avoir une influence sur la qualité des bords de motifs. Aux conditions de recuit standard de cette résine (160°C , 30 mn), des effets commencent à apparaître sur les échantillons, mais des recuits d'aussi bonne qualité sont possibles
- 15 à des températures plus basses ($<120^\circ\text{C}$), auxquelles les échantillons sont insensibles). Les échantillons ont ensuite subi une étape de lithographie électronique, pour définir en creux dans la résine un réseau de lignes de $1 \mu\text{m}$ de large, séparées de $1 \mu\text{m}$, sur une surface de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$. La totalité de l'échantillon est alors irradiée, et la résine enlevée dans les conditions standard. L'observation en microscopie
- 20 magnéto-optique montre que, à la dose d'irradiation choisie (10^{16} atomes/ cm^2), la partie irradiée devient paramagnétique à température ambiante (cet état présente l'avantage de supprimer le couplage entre zones magnétiques). La partie protégée par la résine reste aimantée perpendiculairement, avec un cycle carré similaire à celui de l'échantillon d'origine.

- 25 Sur une multicouche $\text{Pt}(2\text{nm})/[\text{Pt}(0.6\text{nm})/\text{Co}(0.3\text{nm})]_6/\text{Pt}(6.5\text{nm})$ de la série B, le même processus de lithographie électronique que ci-dessus a été appliqué pour créer le même réseau de lignes, suivi par une irradiation à la dose de 2×10^{15} atomes/ cm^2 . Mais, contrairement au cas de la couche simple de $0,5 \text{ nm}$ de Co, les deux parties (partie protégée et partie irradiée) gardent une aimantation
- 30 perpendiculaire et un cycle carré, avec toutefois un champ coercitif plus faible pour la partie irradiée. Effectivement, l'observation en microscopie magnéto-optique

montre bien un retournement de l'aimantation en champ appliqué inverse après saturation, qui se fait d'abord dans les lignes irradiées, puis se propage dans les parties non irradiées (lignes et film à l'extérieur du réseau). Dans la zone intermédiaire, on obtient donc des domaines magnétiques artificiellement créés par lithographie. Des essais ont ensuite été faits en microscopie magnéto-optique en champ proche, qui ont permis de voir ces domaines artificiels avec une très grande précision. Ceci démontre par conséquent la faisabilité du procédé proposé à l'enregistrement "contact". En contrepartie, sur des échantillons similaires, mais gravés par ablation de matière, la même technique de microscopie en champ proche ne voit que les effets de diffraction.

Il faut noter que, après irradiation, la résine PMMA s'enlève plus difficilement. Il reste des résidus le long des motifs, qui donnent une rugosité et un faible contraste optique d'origine non magnétique, ce qui nécessite une procédure de décapage supplémentaire en "plasma oxygène" (procédure tout à fait connue en micro-technologies).

Enfin, avec la précision de la lithographie électronique en résine PMMA, nous pouvons espérer atteindre des dimensions de bits inférieures à 100nm, soit une densité supérieure à 100 bits/ μm^2 .

REVENDICATIONS

- 5 1. Procédé de gravure magnétique, caractérisé en ce qu'on irradie de façon contrôlée un matériau en couches minces pour modifier localement, sur des zones d'une largeur de l'ordre du micromètre ou inférieure, les propriétés magnétiques dudit matériau, telles que notamment sa coercivité, son anisotropie magnétique ou sa température de Curie.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on irradie au moyen d'un faisceau d'ions.
- 10 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on irradie à travers un masque de résine.
4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on irradie au moyen d'un faisceau d'ions focalisé.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la couche gravée par irradiation est enterrée sous d'autres couches.
- 15 6. Procédé d'enregistrement magnétique ou magnéto-optique d'informations binaires, notamment d'élaboration de matériaux magnétiques discrets, de circuits de mémoires magnétiques, ou de circuits logiques à commande magnétique, caractérisé en ce qu'il met en œuvre un procédé de gravure magnétique selon l'une des revendications précédentes.
- 20 7. Procédé d'enregistrement optique de type à mémoire morte, caractérisé en ce qu'il met en œuvre un procédé de gravure magnétique selon l'une des revendications 1 à 5.
8. Procédé selon l'une des revendications 6 ou 7, caractérisé en ce que le matériau d'enregistrement est un multicouche Co/Pt.
- 25 9. Procédé de réalisation de circuits optiques à commande magnétique utilisant une variation contrôlée de la composante d'indice optique liée au magnétisme, caractérisé en ce qu'il met en œuvre un procédé de gravure magnétique selon l'une des revendications 1 à 5.
10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'on réalise, par irradiation à travers un masque, un film guide d'onde en matériau non magnétique, comprenant un réseau régulier de motifs magnétiques.
- 30

ORIGINAL